# REC'S PCT/PTO 13 MAY 2005

RECEIVED 18 MAR 2004

玉 JAPAN PATENT OFFICE

12.11.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2002年11月15日

出 願 番 Application Number:

特願2002-332730

[ST. 10/C]:

[JP2002-332730]

出 願 人 Applicant(s):

独立行政法人 科学技術振興機構 独立行政法人物質·材料研究機構

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 3 月

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office



【書類名】

特許願

【整理番号】

A061P99

【提出日】

平成14年11月15日

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

CO4B 35/52

【発明者】

【住所又は居所】

茨城県つくば市並木2-209-101

【氏名】

赤石 實

【発明者】

【住所又は居所】

茨城県つくば市天久保2-12-9 ルーブルマンショ

ン201号

【氏名】

川村 啓吾

【特許出願人】

【識別番号】

396020800

【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

【特許出願人】

【識別番号】

301023238

【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構

【代理人】

【識別番号】

100108671

【弁理士】

【氏名又は名称】

西 義之

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

048541

【納付金額】

13,650円

【その他】

国等以外のすべての持ち分の割合065/100

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1 【物件名】

要約書 1

【物件名】

持分証明書 1

【提出物件の特記事項】 追って補充する。

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体とその製造法

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒径幅0~0.1 μmの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理した後に水溶液を用いて凍結乾燥した粉末を焼結助剤なしで焼結した、焼結体の粒子径が100m以下の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体。

【請求項2】 透光性を有することを特徴とする請求項1記載の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体。

【請求項3】 粒径幅0~0.1 μmの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理した後に水溶液を用いて凍結乾燥することにより調製した粉末をTa 又はMo製カプセルに封入し、該カプセルを超高圧合成装置を用いてダイヤモンドの熱力学的安定条件の1700℃以上の温度、8.5 GPa以上の圧力下で加熱加圧することによりダイヤモンド粉末を焼結することを特徴とする高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体の製造法。

【請求項4】 加熱加圧を2150℃以上、8.5GPa以上の圧力とすることにより透光性を有する焼結体を合成することを特徴とする請求項3記載の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体の製造法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体とその製造法に関する。

#### 【従来の技術】

従来、Co等の金属を焼結助剤とするダイヤモンド焼結体や微粒ダイヤモンド焼結体が通常の超高圧合成装置で製造されることが知られている(特許文献1,2)。また、金属焼結助剤を全く使用しないで、アルカリ土類金属の炭酸塩を焼結助剤に用いて、従来よりも高い圧力、温度条件下で焼結することにより、耐熱性に優れた高硬度ダイヤモンド焼結体を得る合成法が知られている(非特許文献1)。しかしながら、これらの焼結体は、その粒子径が約5μmと比較的大きな粒子径に限定されている。

## [0002]

本発明者らは、 $CO_2$ - $H_2O$ 流体相の源となるシュウ酸二水和物を炭酸塩に添加した混合粉末を作製し、この混合粉末上に粒径幅  $0 \sim 1~\mu$  mの天然ダイヤモンド粉末を積層し、微粒ダイヤモンド焼結体を製造する方法を報告した(特許文献 3,非特許文献 2 , 3 )が、その製造には 2 0 0 0  $\mathbb{C}$ 以上の高温を必要とする。

[0003]

本発明者らは、同様な方法で、さらに微細なダイヤモンド粉末、例えば、粒径幅 $0\sim0$ .  $1~\mu$ mのダイヤモンド粉末を焼結した例を報告した(非特許文献 4)。しかし、ダイヤモンドの異常粒成長が起こり、高硬度ダイヤモンド焼結体を製造することが出来なかった。

[0004]

最近、黒鉛からダイヤモンドへの直接変換反応により $12\sim25$  GPa、200  $0\sim2500$  Cの条件で焼結助剤なしでダイヤモンド焼結体を合成する方法が発表され、透光性焼結体となると報告されている(非特許文献 5)。

[0005]

【特許文献1】

特公昭52-12126号公報

【特許文献2】

特公平4-50270号公報

【特許文献3】

特開2002-187775号公報

[0006]

【非特許文献1】

Diamond and Related Mater.,5巻,34-37ページ,Elsevier Science S.A,1996年 【非特許文献 2】

第41回高圧討論会講演要旨集108ページ,日本高圧力学会,2000年

【非特許文献3】

Proceedings of the 8th NIRIM International Symposium on Advanced Materia ls,33-34ページ,無機材質研究所,2001年

#### 【非特許文献4】

第42回高圧討論会講演要旨集89ページ,日本高圧力学会,2001年

#### 【非特許文献5】

T. Irifune et al., "Characterization of polycrystalline diamonds synthe sized by direct conversion of graphite using multi anvil apparatus, 6th High Pressure Mineral Physics Seminar, 28 August, 2002, Verbania, Italy

#### [0007]

#### 【発明が解決しようとする課題】

焼結助剤を含むダイヤモンド焼結体では、固体の助剤を含有しているため、透 光性を付与することは難しく、助剤の占有する体積が存在するため、ダイヤモン ド粒子間の結合の割合が減少して、助剤を全く含有しない理想的なダイヤモンド 焼結体に比較し、その硬さは低くなる。

#### [0008]

また、黒鉛からダイヤモンドへの変換反応を利用した反応焼結による高純度ダイヤモンド焼結体の合成条件は12~20GPaと非常に高い圧力を必要とする。 このため、合成可能な試料の大きさは現状では1~2mm程度と非常に小さく、特定の分野のみの応用に限定される。

#### [0009]

従来技術のダイヤモンド焼結体は、金属系や非金属(炭酸塩)系を問わず焼結助剤を含んでおり、焼結体中に占める焼結助剤の体積の割合だけ、ダイヤモンド粒子間の結合の占める割合が減少する。その結果、焼結体のヴィカース硬度は、焼結助剤を全く含まないものに比較して劣ることが容易に推測される。また、従来の高純度ダイヤモンド焼結体は、その合成圧力が非常に高い。

#### [0010]

このような超高圧を負荷した場合、同時に発生する高温によってダイヤモンド 粉末が部分的に黒鉛化するためダイヤモンド粒子間に結合が形成され難いので、 焼結助剤が使用されてきた。焼結助剤は、ダイヤモンド合成触媒の中から選ばれ る。この助剤がダイヤモンド粒子の一部を溶解し、ダイヤモンド粒子表面にダイ ヤモンドを析出して、ダイヤモンド粒子間に結合を形成する。



本発明者らは、先に、ダイヤモンド粉末に形成される二次粒子の形成を抑制するダイヤモンド粉末調製法を開発した。この方法は、天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理する最終工程において該ダイヤモンド粉末を分散した処理溶液を容器に入れ、該容器中において該ダイヤモンド粉末を分散した処理溶液を凍結し、そのまま凍結乾燥してダイヤモンド粉末を得るものである。

## [0012]

そして、該ダイヤモンド粉末をシュウ酸二水和物を混合した炭酸塩(炭酸塩-C-0-Hからなる有機酸)焼結助剤を用いて超高圧合成装置により1700℃以上の温度で焼結することを特徴とする高硬度微粒ダイヤモンド焼結体の製造法を発明し、特許出願中である(特願2002-030863)。しかし、この出願の発明で用いている製造条件、例えば、7.7GPa、1700~2300℃の条件では、焼結助剤を全く使用しないで高硬度ダイヤモンド焼結体を合成することはできない。

## [0013]

本発明は、ダイヤモンド本来の硬さを持つ、焼結助剤を全く含有しない焼結体 を従来よりも低い圧力で合成する手段を提供することを課題とする。

# [0014]

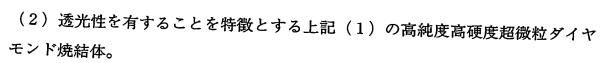
# 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、粒径幅0~0.1 μmの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理した後に凍結乾燥して調製した粉末を1700℃以上、8.5 GPa以上の条件で焼結助剤を用いないで焼結することにより、従来の焼結助剤を用いたダイヤモンド焼結体よりもその硬さにおいて、非常に高硬度かつ焼結助剤に起因する成分を全く含有しない高純度なダイヤモンド焼結体を合成できることを見出した。

# [0015]

すなわち、本発明は、下記のとおりである。

(1) 粒径幅0~0.1 μmの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理 した後に水溶液を用いて凍結乾燥した粉末を焼結助剤なしで焼結した、焼結体の 粒子径が100m以下の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体。



# [0016]

- (3) 粒径幅 $0\sim0.1~\mu$ mの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理した後に水溶液を用いて凍結乾燥することにより調製した粉末をTa又はMo製カプセルに封入し、該カプセルを超高圧合成装置を用いてダイヤモンドの熱力学的安定条件の1700 C以上の温度、8.5 GPa以上の圧力下で加熱加圧することによりダイヤモンド粉末を焼結することを特徴とする高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体の製造法。
- (4)加熱加圧を2150℃以上、8.5GPa以上の圧力とすることにより透光性を有する焼結体を合成することを特徴とする上記(3)の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体の製造法。

## [0017]

本発明のダイヤモンド焼結体の粒子径は電子顕微鏡観察で100nm以下であり、硬さは、ヴィカース硬さ80GPa以上の高硬度を有しており、異常粒成長の全く認められない均質な微細粒子からなるので、優れた耐摩耗性と耐熱性を有し、鋭利な刃先形状に加工可能であることから、例えば、高Si-Al合金等の難削材料の仕上げ切削、金属・合金の超精密加工等に適用した場合、優れた切削性能を発揮する。

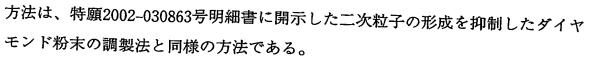
# [0018]

また、本発明のダイヤモンド焼結体は粉末 X 線回折でダイヤモンド以外の回折線が認められず、焼結助剤を使用した焼結体が不透明でであるのに対して、焼結体を通して透過光により文字等を明確に視認できる十分な透光性があるので、透光性の要求される耐磨耗材料(ミサイルの窓材とか水熱反応容器の窓材等又は高圧発生用圧力部材)として有用であり、宝飾品としても価値を発揮する。

# [0019]

# 【発明の実施の形態】

本発明のダイヤモンド焼結体を製造するために用いる脱シリケート処理した超 微粒天然ダイヤモンド粉末は具体的には以下のようにして調製する。なお、この



# [0020]

市販の粒径幅0~0.1μmの天然ダイヤモンド粉末をジルコニウム坩堝を用いて、溶融水酸化ナトリウム中で処理し、ダイヤモンド中に不純物として含有する珪酸塩を水溶性の珪酸ナトリウムに変換する。

なお、微粉末ダイヤモンドについては規格化された測定方法に基づく粒度規格は存在しないが、粒径幅を0~1/4,0~1/2,0~1,0~2,1~3,2~4,4~8のように区分して標準粒度規格(中心粒径は粒径幅の中間値)としたものに基づいて市販されており、本明細書において、天然ダイヤモンド粉末の粒径幅はこのような区分に基づくものである。

# [0021]

溶融水酸化ナトリウム中からダイヤモンド粉末をアルカリ水溶液中に回収し、 塩酸で中和処理してから、蒸留水で数回水洗して、塩化ナトリウムを除去する。

ダイヤモンド粉末が分散した溶液に王水を加えて、熱王水中でダイヤモンド粉末を処理し、ジルコニウム坩堝から混入の可能性のあるジルコニウムを除去する。熱王水処理後、蒸留水で3回以上水洗し、弱酸性溶液中にダイヤモンド粉末を回収する。ダイヤモンド粉末を分散している処理溶液はpH約3~5の弱酸性となっている。

# [0022]

この脱シリケート処理したダイヤモンド粉末を分散した弱酸性水溶液をプラスチック製等の容器中で好ましくは、約20~30分間、振盪器を用いて十分に振盪処理をし、次に、液体窒素中で該容器を撹拌しながら、短時間で凍結する。振盪器から移して液体窒素に浸すまでの時間はできるだけ短く、好ましくは30秒以内とする。その結果、プラスチック製容器の底へのダイヤモンド粉末の沈降は抑制され、二次粒子の形成も抑制される。液体窒素は安価であること、及び溶液を容易に凍結可能であるので冷凍処理に用いるのに適している。

# [0023]

凍結乾燥は、凍結したダイヤモンド粉末の入った容器の蓋を緩めて、真空中に

配置し、凍結物を真空状態にすると、凍結した弱酸性の氷が昇華する。昇華熱により凍結物の入った容器は冷却され、凍結した状態を保つことができる。気化した水分は、真空ポンプの排気系の途中に-100  $\mathbb C$ 以下の冷凍器を配置して、トラップする。この場合、15 grのダイヤモンド粉末/100 mlの溶液系では、凍結乾燥に約4日間を要する。

## [0024]

この方法は、容器中の水溶液に微細なダイヤモンド粉末を分散させたまま、ダイヤモンド粒子表面が水溶液で覆われている状態で凍結し、そのまま凍結乾燥することにより、二次粒子の形成を抑制する方法である。凍結乾燥した状態でダイヤモンド粉末はバラバラの粉末状となり、従来法のろ過・加熱乾燥法のそれらと全く異なり、流動性に富んださらさらとした粉末が得られる。上記の凍結乾燥法により調製した粉末は、電子顕微鏡観察で平均粒子径約80nmの一次粒子である。なお、上記には具体的な数値条件を例示したが、凍結乾燥により結果として上記のように二次粒子の形成を抑制したさらさらした粉末が得られればよく、具体的数値条件は適宜変更できる。

# [0025]

本発明のダイヤモンド焼結体の製造法には、上記のような方法で凍結乾燥により調製した天然超微粒ダイヤモンド粉末を出発物質として用いる。図1は、本発明の製造法において、ダイヤモンド粉末を焼結するための焼結体合成用カプセルの一例を示す断面図である。

## [0026]

図1に示すように、円筒状のTa又はMo製カプセル2の底にカプセルの変形抑制用の黒鉛製円盤1Aを置き、Ta又はMo箔5Aを介してダイヤモンド粉末3Aを層状に加圧充填後、さらにTa又はMo箔5Bを介して同じダイヤモンド粉末3Bを層状に同じ成形圧で積層する。このダイヤモンド粉末3Bの層上にTa又はMo箔5Cを配置して、その上にカプセルの変形抑制用の黒鉛製円盤1Bを配置する。Ta又はMo箔は、所望の厚さの焼結体を合成するためのダイヤモンド粉末どうしの分離、黒鉛とダイヤモンド粉末の分離、圧力媒体の侵入防止等のために用いている。焼結助剤は使用しない。



このカプセルを圧力媒体中に収容し、公知のベルト型超高圧合成装置などの静的圧縮法による超高圧装置を用いて、室温条件下で8.5 GPa以上まで加圧し、同圧力条件下で1700℃以上の所定の温度まで加熱して、焼結を行う。圧力が8.5 GPa未満では、1700℃以上の温度でも所望の高硬度焼結体が得られない。また、焼結温度が1700℃未満では、8.5 GPa以上の圧力でも所望の高硬度焼結体が得られない。温度、圧力は必要以上に高くしてもエネルギー効率を悪くするだけであるから、装置の対応限度も考慮して必要最小限度とすることが望ましい。

#### [0028]

2150℃以上の条件で焼結すると透光性焼結体を製造することができる。これは、2150℃は、黒鉛がダイヤモンドに直接変換する温度であり、この温度以上ではダイヤモンド粒子間の結合がより促進されるからと考えられる。

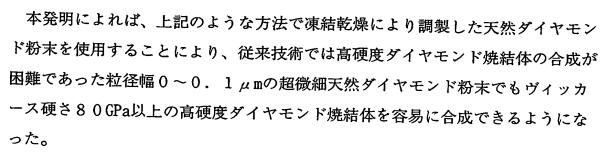
#### [0029]

超高圧装置としてベルト型超高圧合成装置を用いる場合、装置の加熱源として 黒鉛ヒーターを用いた場合は、1700℃以上の高温を安定に発生することが難 しい。2000℃以上の高温発生可能なヒーター材料としては本発明者らが開発 した(特許出願中:特願2002-244629)チタンカーバイドーダイヤモンド複合焼 結体を使用することが望ましい。このダイヤモンドーチタンカーバイド複合焼結 体は、ダイヤモンド粉末とチタンカーバイド粉末とを混合粉末を出発原料とする 焼結体である。

#### [0030]

チタンカーバイド粉末としてC/Ti比0.7以上1未満、粒径4μm以下の不定比のチタンカーバイド粉末を選定し、ダイヤモンド粉末とチタンカーバイド粉末とを含む混合原料を調製し、成型し、脱バインダー処理し、次いで、非酸化性雰囲気で焼結し、ダイヤモンドと不定比チタンカーバイドとの間に拡散接合を生じさせ、これによって所定の強度を有し、焼結後の研削加工により厚み設定可能なダイヤモンドーチタンカーバイド複合焼結体を得ることができる。

#### [0031]



## [0032]

#### 【実施例】

以下、本発明のダイヤモンド焼結体の製造法を実施例に基づいて具体的に説明 する。

## (実施例1)

市販の粒径幅  $0\sim0$ .  $1~\mu$ mの天然ダイヤモンド粉末を出発物質として上記のとおりの凍結乾燥法で調製した粉末を用意した。この粉末は電子顕微鏡観察から平均粒径 8~0 nmと決定された。肉厚 0. 2~mm、外径 6~mmの円筒状Ta製カプセルの底にカプセルの変形抑制用の 0. 5~mm厚の黒鉛製円盤を置き、Ta箔を介してこのダイヤモンド粉末 6~0 mgを層状に 1~0~0 MPaの圧力で充填した。さらに、その上にTa箔を介してダイヤモンド粉末 6~0 mgを同じ圧力で充填した。上層のダイヤモンド粉末上にTa箔を置き、Ta箔の上には、カプセルの変形を抑制するために、 0. 5~mm厚の黒鉛製円盤を配置した。

# [0033]

次に、カプセルを塩化セシウムの圧力媒体中に充填し、加熱ヒーターとしてチタンカーバイドーダイヤモンド複合焼結体を用いたベルト型超高圧合成装置を用いて9.4 GPa、2000℃の条件で30分間処理した後、合成装置よりカプセルを取り出した。

# [0034]

焼結体の表面に形成されたTaC等をフッ化水素酸-硝酸溶液で処理して除去し、焼結体の上下面をダイヤモンドホイールで研削した。研削後の焼結体のヴィカース硬さは、100GPaと非常に高硬度であった。焼結体の破面の電子顕微鏡による組織観察の結果、図2(A)及びその拡大図である図2(B)に示すように、平均粒径80mmの微細粒子からなる均質な焼結体であった。図2(B)は(A



[0035]

#### (比較例1)

粒径幅 $0\sim1~\mu$ mの天然ダイヤモンド粉末を出発物質とした以外は、実施例1と同じ製造法で焼結した。得られた焼結体のヴィカース硬さは、6~9 GPaであった。この硬さは、粒径幅 $0\sim0$ .  $1~\mu$ mの粉末を用いた実施例1 の場合に比較し、極めて低い。これは出発物質の天然ダイヤモンド粉末の粒径が大きすぎることに起因する。

[0036]

#### (実施例2)

焼結温度2150℃、焼結時間を20分間とした以外は、実施例1と同じ製造法で焼結した。得られた焼結体のヴィカース硬さは、115GPaであった。焼結体の厚さは、0.7㎜であった。この焼結体は、図3に示すように、透光性で物差のスケールマークを焼結体を介して容易に読むことができた。いわゆる透光性ダイヤモンド焼結体を10GPaよりも低い圧力条件で合成することができた。

[0037]

#### (比較例2)

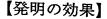
7. 7 GPa、2300  $\mathbb C$  の条件で10 分間焼結した以外は、実施例1 と同じ製造法で焼結した。得られた焼結体を研削したが、全く研削抵抗のないものであった。これは焼結時の圧力が8.5 GPa未満であることに起因する。焼結体の電気抵抗を測定した結果、電気伝導性であった。ダイヤモンド粒子表面が黒鉛化されたために、電気伝導性になったものと思われる。

[0038]

## (実施例3)

9.4 GPa、1800℃の条件で30分間焼結した以外は、実施例1と同じ製造法で焼結した。得られた焼結体を研削した結果、研削抵抗の高い焼結体であった。そのヴィカース硬さを測定した。その結果、1800℃の条件でも100GPaと非常に高硬度であった。

[0039]



本発明の製造法により合成される高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体は、従来の天然ダイヤモンド粉末から合成される焼結助剤を用いたダイヤモンド焼結体とは異なった優れた高硬度材料としての特性を持っているばかりでなく、透光性高硬度材料としてもその応用が期待される。本発明の製造法は、これらの優れた特性を有する高純度ダイヤモンド焼結体を、従来法よりも低い圧力条件で製造できる方法を確立したものである。

本発明のダイヤモンド焼結体はナノメーターの粒子径からなる高純度高硬度焼 結体であることから、従来の焼結体にない特性を持っているため、超精密加工用 工具、難削材料の加工工具等の分野での用途が期待される。

## 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

図1は、本発明の製造法において、ダイヤモンド粉末を焼結するための焼結体 合成用カプセルの一例を示す断面図である。

#### 【図2】

図2は、実施例1で得られたダイヤモンド焼結体の破面の図面代用電子顕微鏡 写真である。

#### 【図3】

図3は、実施例2で得られたダイヤモンド焼結体の透光性を示す図面代用光学 写真である。

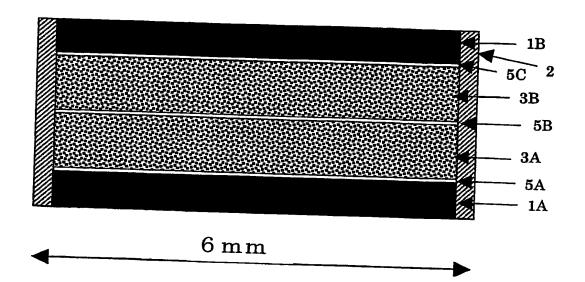
# 【符号の説明】

- 1A, 1B 黒鉛製円盤
- 2 Ta又はMo製カプセル
- 3A, 3B ダイヤモンド粉末
- 5A, 5B, 5C Ta又はMo箔

【書類名】

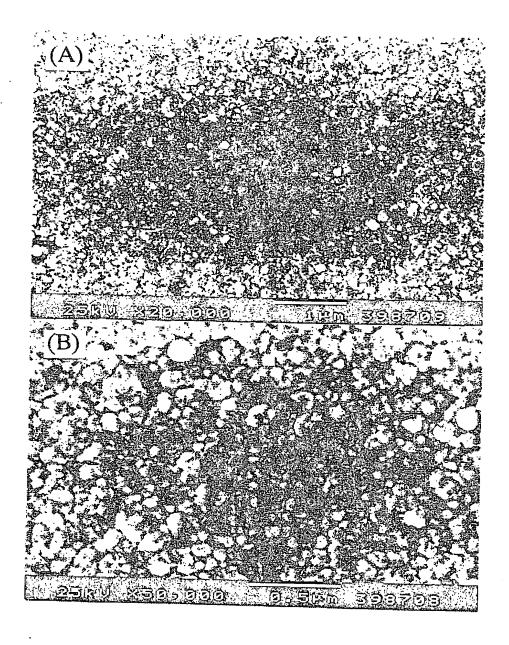
図面

【図1】



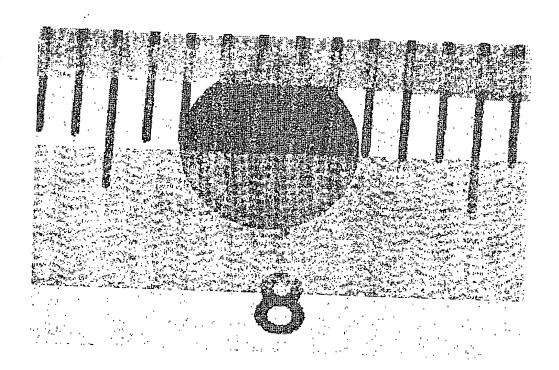
# **BEST AVAILABLE COPY**





# BEST AVAILABLE COPY

【図3】



BEST AVAILABLE COPY



【要約】

【課題】 ダイヤモンド本来の硬さを持つ、焼結助剤を全く含有しない焼結体を 従来よりも低い圧力で合成する手段を提供する。

【構成】 粒径幅0~0.1μmの超微粒天然ダイヤモンド粉末を脱シリケート処理した後に水溶液を用いて凍結乾燥することにより調製した粉末を焼結助剤なしでTa 又はMo製カプセルに封入し、該カプセルを超高圧合成装置を用いてダイヤモンドの熱力学的安定条件の1700℃以上の温度、8.5GPa以上の圧力下で加熱加圧することにより、焼結体の粒子径が100nm以下の高純度高硬度超微粒ダイヤモンド焼結体を得る。

【選択図】 図 1

ページ: 1/E

【書類名】

【提出日】

【あて先】

【事件の表示】

【出願番号】

【承継人】

【識別番号】

【住所又は居所】 【氏名又は名称】

【代表者】 【連絡先】

【提出物件の目録】

【物件名】 「採用のまテ】

【援用の表示】

【物件名】

【援用の表示】

出願人名義変更届 (一般承継)

平成15年10月31日 特許庁長官 殿

特願2002-332730

503360115

埼玉県川口市本町四丁目1番8号 独立行政法人科学技術振興機構

沖村 憲樹

〒102-8666 東京都千代田区四番町5-3 独立行政法 人科学技術振興機構 知的財産戦略室 佐々木吉正 TEL 0 3-5214-8486 FAX 03-5214-8417

権利の承継を証明する書面 1

平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

登記簿謄本 1

平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

特願2002-332730

出願人履歴情報

識別番号

[396020800]

1. 変更年月日

1998年 2月24日

[変更理由]

名称変更

住 所 氏 名 埼玉県川口市本町4丁目1番8号

科学技術振興事業団

特願2002-332730

出願人履歴情報

識別番号

[301023238]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所 氏 名

2001年 4月 2日 新規登録 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立行政法人物質・材料研究機構 特願2002-332730

出願人履歴情報

識別番号

[503360115]

1. 変更年月日 [変更理由]

[年月日 2003年10月 1日 更理由] 新規登録 住 所 埼玉県川口市本町4丁目

新成豆酥 埼玉県川口市本町4丁目1番8号 独立行政法人 科学技術振興機構